

# 权 利 要 求 书

1、一种负载型纳米金催化剂的制备方法，其特征在于，包括以下步骤：

步骤 1、制备载体  $\text{Cu-Ce-O}_x$ ；

步骤 2、制备负载型纳米金催化剂。

5 2、根据权利要求 1 所述的负载型纳米金催化剂的制备方法，其特征在于，所述步骤 1 中的制备载体  $\text{Cu-Ce-O}_x$  具体为：

步骤 1.1、将  $\text{CuN}_2\text{O}_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  和  $\text{CeN}_3\text{O}_9 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  溶解于甲醇，配制成溶液 I；

步骤 1.2、在磁子搅拌下用滴液漏斗逐滴滴加三乙胺，直至溶液  $\text{pH}=9$ ，然后在恒温的油浴中陈化；

10 步骤 1.3、将陈化后的悬浊液倒入砂芯漏斗进行抽滤，用去离子水充分洗涤至中性，再用无水乙醇洗涤；洗涤完毕后，所得滤饼干燥，研磨后，在空气氛围下焙烧；制得载体  $\text{Cu-Ce-O}_x$ ，储存待使用。

3、根据权利要求 2 所述的负载型纳米金催化剂的制备方法，其特征在于，步骤 1.1 中的  $\text{CuN}_2\text{O}_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  与  $\text{CeN}_3\text{O}_9 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  的摩尔比为 1:0.2-2:3；

15  $\text{CuN}_2\text{O}_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  与甲醇的摩尔体积比 ( $\text{mmol/ml}$ ) 为 16:155-26.7:100。

4、根据权利要求 2 所述的负载型纳米金催化剂的制备方法，其特征在于，步骤 1.2 中的磁子搅拌的转速为 400-700 rpm；陈化温度为恒温 60-80℃，陈化时间为 12-24 h。

20 5、根据权利要求 2 所述的负载型纳米金催化剂的制备方法，其特征在于，步骤 1.3 中的干燥温度为 100-120℃，干燥时间为 10-14h；焙烧温度为 290-610℃，焙烧时间为 4-6h。

6、根据权利要求 1 所述的负载型纳米金催化剂的制备方法，其特征在于，所述步骤 2 中的制备香兰素具体为：

25 步骤 2.1、配制氯金酸水溶液，移取氯金酸溶液稀释至水中，配制成溶液 II；

步骤 2.2、将聚乙烯吡咯烷酮溶解于水中；在搅拌条件下，将聚乙烯吡咯烷酮溶液逐滴加入溶液 II 中，持续搅拌 15 min 后加入  $\text{Cu-Ce-O}_x$  于上述溶液中，持续搅拌 0.5 h；

~~步骤 2.3、待搅拌结束，将硼氢化钠溶解于适量水中，逐滴加入上述溶液中，滴加完毕后继续搅拌 2 h；搅拌结束后，将上述溶液过滤，用去离子水洗涤滤饼至中性；洗涤完毕后，所得滤饼干燥过夜，研磨后避光储存，制得  $\text{Au/Cu-Ce-O}_x$ 。~~

5 ~~7、根据权利要求 6 所述的负载型纳米金催化剂的制备方法，其特征在于，所述步骤 2.1 中的氯金酸水溶液的浓度为 0.002-0.01 g/ml，氯金酸溶液与水的体积比为 1:40-1:100。~~

10 ~~8、根据权利要求 6 所述的负载型纳米金催化剂的制备方法，其特征在于，步骤 2.2 中的聚乙烯吡咯烷酮与水的质量体积比 (mg/ml) 为 10:1-20:1； $\text{Cu-Ce-O}_x$  与聚乙烯吡咯烷酮的质量比 (mg/mg) 为 500:12。~~

~~9、根据权利要求 6 所述的负载型纳米金催化剂的制备方法，其特征在于，步骤 2.3 中的去离子水温度为 75-95℃；干燥温度为 75-85℃；硼氢化钠与水的质量体积比 (mg/ml) 为 18:1-18:3。~~

15 ~~101、一种负载型纳米金催化剂在制备香兰素中的应用，其特征在于，包括以下步骤：称取 100 mg 催化剂和 1 mmol 的香草醇于高压反应釜的内胆中，并加入 14 ml 对二甲苯和 6 ml 四氢呋喃作为混合溶剂；将高压釜与氩气钢瓶连接，通入氩气，排除反应器中的空气后，使釜内氩气压强保持在 10 bar；调节油浴锅温度为 120℃，将温度控制在反应预设温度  $T \pm 1^\circ\text{C}$  后，将反应釜放入油浴中，并伴有搅拌，反应持续时间为 24 h；反应结束后，冰水浴冷却 20 min，打开反应釜，取出内胆，吸取反应液并用纳米滤头过滤，~~  
20 ~~制备得到香兰素。~~；

所述负载型纳米金催化剂通过以下制备方法制备得到：

步骤 1、制备载体  $\text{Cu-Ce-O}_x$ ：

步骤 1.1、将  $\text{CuN}_2\text{O}_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  和  $\text{CeN}_3\text{O}_9 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  溶解于甲醇，配制成溶液 I；

25 步骤 1.2、在磁子搅拌下用滴液漏斗逐滴滴加三乙胺，直至溶液 pH=9，然后在恒温的油浴中陈化；

步骤 1.3、将陈化后的悬浊液倒入砂芯漏斗进行抽滤，用去离子水充分洗涤至中性，再用无水乙醇洗涤；洗涤完毕后，所得滤饼干燥，研磨后，在

空气氛围下焙烧；制得载体  $\text{Cu-Ce-O}_Y$ ，储存待使用；

步骤 1.1 中的  $\text{CuN}_2\text{O}_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  与  $\text{CeN}_3\text{O}_9 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  的摩尔比为 1:0.2-2:3；  
 $\text{CuN}_2\text{O}_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  与甲醇的摩尔体积比 (mmol/ml) 为 16:155-26.7:100；

步骤 1.2 中的磁子搅拌的转速为 400-700 rpm；陈化温度为恒温 60-80℃，  
陈化时间为 12-24 h；

步骤 1.3 中的干燥温度为 100-120℃，干燥时间为 10-14h；焙烧温度为  
290-610℃，焙烧时间为 4-6h；

步骤 2、制备负载型纳米金催化剂：

步骤 2.1、配制氯金酸水溶液，移取氯金酸溶液稀释至水中，配制成溶  
液 II；

步骤 2.2、将聚乙烯吡咯烷酮溶解于水中；在搅拌条件下，将聚乙烯吡  
咯烷酮溶液逐滴加入溶液 II 中，持续搅拌 15 min 后加入  $\text{Cu-Ce-O}_Y$  于上述溶  
液中，持续搅拌 0.5 h；

步骤 2.3、待搅拌结束，将硼氢化钠溶解于适量水中，逐滴加入上述溶  
液中，滴加完毕后继续搅拌 2 h；搅拌结束后，将上述溶液过滤，用去离子  
水洗涤滤饼至中性；洗涤完毕后，所得滤饼干燥过夜，研磨后避光储存，制  
得  $\text{Au/Cu-Ce-O}_Y$ ；

所述步骤 2.1 中的氯金酸水溶液的浓度为 0.002-0.01 g/ml，氯金酸溶液  
与水的体积比为 1:40-1:100；

步骤 2.2 中的聚乙烯吡咯烷酮与水的质量体积比 (mg/ml) 为 10:1-20:1；  
 $\text{Cu-Ce-O}_Y$  与聚乙烯吡咯烷酮的质量比 (mg/mg) 为 500:12；

步骤 2.3 中的去离子水温度为 75-95℃；干燥温度为 75-85℃；硼氢化钠  
与水的质量体积比 (mg/ml) 为 18:1-18:3。